

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-093002

(43)Date of publication of application : 25.03.1992

---

(51)Int.Cl.

H01F 1/113

---

(21)Application number : 02-209212

(71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP

(22)Date of filing : 09.08.1990

(72)Inventor : NUSHISHIRO KOICHI

ABE MASAHIRO

KIJIMA SHINICHI

---

## (54) MANUFACTURE OF BOND MAGNET MOLDING MATERIAL

### (57)Abstract:

PURPOSE: To make excellent in fluidity and magnetic characteristics without addition of a resin modifier and to improve mechanical strength by modifying ferrite magnetic powder with a phosphoric acid coupling agent after acid treatment at the time of mixing and kneading synthetic resin as the matrix and the ferrite magnetic powder.

CONSTITUTION: Treatment with an acid such as hydrochloride acid, its adsorption by a powder surface, and then surface treatment with a phosphoric acid coupling agent, provide much water-resiliency. A preferable degree of acid treatment is that the pH of posttreatment magnetic powder is in the range of  $2.0 \leq \text{pH} \leq 6.0$ . After acid treatment, treatment is made with a phosphoric acid coupling agent; the acid coupling agent used here is exemplified by di-2-ethylhexylphosphinate, di-2-ethylhexylphosphate, etc. A preferable amount of addition of the coupling agent is in the range of 0.1-1.0wt% to the magnetic powder. Less than 0.1wt% gives low magnetic characteristics of a molding, and more than 1.0wt% markedly decreases mechanical strength.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## ⑫ 公開特許公報 (A) 平4-93002

⑬ Int. Cl. 5

H 01 F 1/113

識別記号

府内整理番号

7371-5E

⑭ 公開 平成4年(1992)3月25日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 ポンド磁石用成形素材の製造方法

⑯ 特願 平2-209212

⑰ 出願 平2(1990)8月9日

⑱ 発明者 主代晃一 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

⑲ 発明者 阿部雅治 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

⑳ 発明者 来島慎一 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

㉑ 出願人 川崎製鉄株式会社 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

## 明細書

## 1. 発明の名称

ポンド磁石用成形素材の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

マトリックスとしての合成樹脂とフェライト磁粉を混合混練するに際して、予めフェライト磁粉を酸処理したのちリン酸系カップリング剤にて改質処理することを特徴とするポンド磁石用成形素材の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## &lt;産業上の利用分野&gt;

本発明は、OA機器や複写機などの部品である小型モーターやマグネットロールの永久磁石部分に用いられるポンド磁石用成形素材の製造方法に関するものである。

## &lt;従来の技術&gt;

電気機器等に用いられる永久磁石材料として、従来フェライト磁石、希土類磁石等が用いられている。これらは主に成形後に焼結を行うことによ

り製造されるが、焼結時の収縮が大きいため寸法精度を上げるには研削等の後加工が必要である。そのためコストが高くなるという欠点があるばかりでなく焼結物は一般にもろく、また複雑な形状のものが製造しにくいという欠点もある。

焼結磁石の欠点を補うものとして、近年ポンド磁石が注目を浴びている。ポンド磁石は焼結磁石と比較して割れ、欠けが生じにくく、薄肉、複雑形状のものが得られ、また低比重であるため軽量化が可能である。更に成形収縮率が小さいため寸法精度のよい成形品が得られ、後加工が不要であり他の部品との一体成形による工程の省略化が可能であるなどの長所を持っている。

ポンド磁石は通常、強磁性粉と樹脂との混合物から成っている。強磁性粉としてはBaフェライト、Srフェライト等のマグネットブランバイト型フェライト磁石材料及びSmCo合金、NdFeB合金等の希土類合金磁石材料などの粉末が用いられる。しかしポンド磁石は非磁性の樹脂を含むためにその体積分だけ焼結磁石に比べて磁力が低い。

また、Baフェライト、Srフェライトの粉末は一般に炭化鉄と炭酸バリウム又は炭酸ストロンチウムを六方晶マグネットランバイト型フェライトを成形する組成比に混合し、次いで1000~1300℃で焼成した後、微粉砕し、更に熱処理することにより得られるが、充填率があまり上がらず配向度が低いという欠点があった。

そのため、磁性粉の配向性を高めボンド磁石の磁気特性を向上させるためにいくつかの提案がなされている。

特開昭59-93741号公報には、フェライト原料をTiカップリング剤で表面処理し、磁粉の流動性、配向性を向上させることが開示されている。また特開昭59-170130号公報には有機焼成化合物での表面処理が、また特開昭59-174636号公報にはシラン系カップリング剤を用いて同様の効果を得ることが開示されている。

しかしながら、カップリング剤を用いた場合でも、流動性の向上はまだ不十分であり、そこで例えば特開昭58-158903号公報のようにアミノ基を

有する有機金属化合物及びビスマイトを樹脂改質剤として添加し樹脂の流動性を上げているが、この場合には樹脂の粘度低下に伴う機械的強度の低下が不可避であった。

#### <発明が解決しようとする課題>

本発明は、樹脂改質剤を添加せずとも流動性が良好で、その結果磁気特性及び機械的強度の優れたボンド磁石が得られるフェライト磁粉を原料としたボンド磁石用成形素材を提供することを目的とするものである。

#### <課題を解決するための手段>

すなわち、本発明は、マトリックスとしての合成樹脂とフェライト磁粉を混合混練するに際して、予めフェライト磁粉を酸処理したのちリン酸系カップリング剤にて改質処理することを特徴とするボンド磁石用成形素材の製造方法である。

#### <作用>

本発明におけるフェライト磁粉とは、一般にBaフェライト、Srフェライト、Pbフェライト等で呼ばれる六方晶マグネットランバイト型フェライト

のことである。これらのフェライト磁粉を通常の方法で製造した場合、JIS K 5101のpH試験によればpHは中性もしくはアルカリ性を示す。この値は配合組成の化学量論比からのずれで決定されるが、決して酸性になることはない。このような粉末に、カップリング剤として例えば、ジ-2-エチルヘキシルホスフィネートなどを0.5wt%程度表面処理して用いられるが、粉の撥水性は十分に得られない。ところが、塩酸などの酸剤にて予め処理して、これを粉体表面に吸着させ、その後リン酸系カップリング剤で表面処理した場合には前者と比較し格段の撥水性が得られる。この現象については明白な理由は得られてはいないが、カップリング剤の官能基と粉末表面との物理・化学的引力が増し、磁粉表面でカップリング剤が一様に撥水基を外に向か配列した結果と考えられる。

本発明で酸処理に用いる酸としては、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、フッ酸等の無機酸、または有機酸でもよく、これらの一種または二種以上の複合物でもよい。

この場合の酸処理の程度は、処理後の磁粉のpHが、JIS K 5101の方法で測定して $2.0 \leq \text{pH} \leq 6.0$ の範囲が好ましい。即ち、pHが2.0を下回る場合は、本発明の目的とする効果が現れず、かえって他の機器の金具部品を腐食させることになるので好ましくない。また一方、pHが6.0を上回る場合はその効果が殆どない。

本発明では酸処理を実施した後、リン酸系カップリング剤にて処理するが、ここで使用する酸系カップリング剤としては、ジ-2-エチルヘキシルホスフィネート、ジ-2-エチルヘキシルホスベート、2-エチルヘキシル-2-エチルヘキシルホスホネート等がある。これらのカップリング剤の添加量は磁粉に対して0.1~1.0wt%の範囲内にあることが好ましく、0.1wt%未満では本発明の目的とする効果がなく、かつ成形品の磁気特性も低い。また1.0wt%を超える場合は、成形品の機械的強度の低下が著しくなる。

本発明に使用するカップリング剤の処理方法として、該カップリング剤をそのまま、あるいはア

ルコールで1対1に希釈し、ヘンシェルミキサー中に攪拌している磁粉に滴下処理する。その後アルコールを揮発させるために加熱または室温にて乾燥させる。

## &lt;実施例&gt;

## 実施例1

用いたSrフェライト磁粉の平均粒径は1.4μmで、JIS K 5101によるpH試験ではpH 8.0であった。この磁粉8kgをヘンシェルミキサーに入れ、攪拌しながら6Nの硫酸60ccを滴下した。この磁粉を130°Cで5時間乾燥し水分を蒸発させたのちJIS K 5101のpH試験法により測定を行ったところpHは3.2であった。この磁粉8000gを再びヘンシェルミキサー中で攪拌しながらジ-2-エチルヘキシルホスフィネート40gとエタノール40gの混合液を滴下し表面処理を行った。アルコール除去のため130°Cで3時間乾燥を行い、この磁粉7240gに対しナイロン12樹脂粉末760gを加えヘンシェルミキサーで混合した。

この混合物を2軸押出機により240°C程度で混

7

## 実施例3

酸の種類をリン酸とし、6Nのリン酸60ccを滴下した以外は実施例1と同様であり、磁粉の表面処理前のpH測定値は4.6であり、M.I.は110g/10cc、(BH)<sub>m</sub>は2.04MG0e、Br/4πI<sub>s</sub>は0.980であり、曲げ強度は620kg/cm<sup>2</sup>であった。

## 比較例1

塩酸を滴下しない以外は実施例1と同様であり、表面処理前の磁粉のpH測定値は8.0であり、M.I.は258/10cc、(BH)<sub>m</sub>は1.90MG0e、Br/4πI<sub>s</sub>は0.949、曲げ強度は580kg/cm<sup>2</sup>であり、実施例に比べ流動性、磁気特性とも劣る。

## 比較例2

Srフェライト磁粉として、平均粒径1.4μmでJIS K 5101によるpH試験ではpH 11.8であった。この磁粉を用い塩酸を滴下しない以外は実施例1と同様であり、M.I.は24g/10cc、(BH)<sub>m</sub>は1.90MG0e、Br/4πI<sub>s</sub>は0.948であり、曲げ強度590kg/cm<sup>2</sup>であり、実施例に比べ流動性、磁気特性とも劣る。

練を行いコンパウンドし、2~5mmの長さにペレット化した。コンパウンドの流動性の評価はASTM D 1238により行い、メルトイインデックス(M.I.)は120g/10ccであった。またコンパウンドのペレットを射出成形機に装入し、280°C程度で射出成形を行った。磁気特性測定用の成形体は外径30mm、厚さ5mmの円板状磁石であり、配向磁界は円板の中心軸方向に15kOe程度印加している。磁気特性の測定はB-Hトレーサーで行い、その結果(BH)<sub>m</sub>は2.04MG0eであり、Br/4πI<sub>s</sub>は0.982であった。曲げ強度の試験はASTM D 630に従い成形体を得、強度を測定した結果、610kg/cm<sup>2</sup>であった。

その結果を第1表に示す。

## 実施例2

酸の種類を硫酸とし、6Nの硫酸100ccを滴下した以外は実施例1と同様であり、磁粉の表面処理前のpH測定値は2.0であり、M.I.は131g/10cc、(BH)<sub>m</sub>は2.05MG0e、Br/4πI<sub>s</sub>は0.985であり、曲げ強度は590kg/cm<sup>2</sup>であった。

8

| フェライト種       | 表面処理前 | 表面処理のpH | 粘度 | M.I.<br>(g/10cc) | (BH) <sub>m</sub><br>(MG0e) | Br/<br>4πI <sub>s</sub> | 曲げ強度<br>(kg/cm <sup>2</sup> ) |
|--------------|-------|---------|----|------------------|-----------------------------|-------------------------|-------------------------------|
|              |       |         |    |                  |                             |                         |                               |
| 実施例1 Srフェライト | 無     | 3.2     | 無  | 120              | 2.04                        | 0.982                   | 610                           |
| 実施例2 Srフェライト | 無     | 2.0     | 無  | 131              | 2.05                        | 0.985                   | 590                           |
| 実施例3 Srフェライト | リン酸   | 4.6     | 無  | 110              | 2.04                        | 0.980                   | 620                           |
| 比較例1 Srフェライト | 無     | 8.0     | 無  | 25               | 1.90                        | 0.949                   | 580                           |
| 比較例2 Srフェライト | 無     | 11.8    | 無  | 24               | 1.90                        | 0.948                   | 590                           |

第1表

<発明の効果>

本発明により得られた磁粉は表面処理用カップリング剤が有効に作用し、樹脂改質剤を添加せずとも流動性、磁気特性に優れ、さらに機械的強度の低下もないボンド磁石を得ることができる。

特許出願人 川崎製鉄株式会社